

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-077219

(43)Date of publication of application : 14.03.2000

(51)Int.Cl. H01F 1/06
 B22D 11/06
 C22C 1/02
 C22C 33/04

(21)Application number : 10-242353

(71)Applicant : SEIKO EPSON CORP

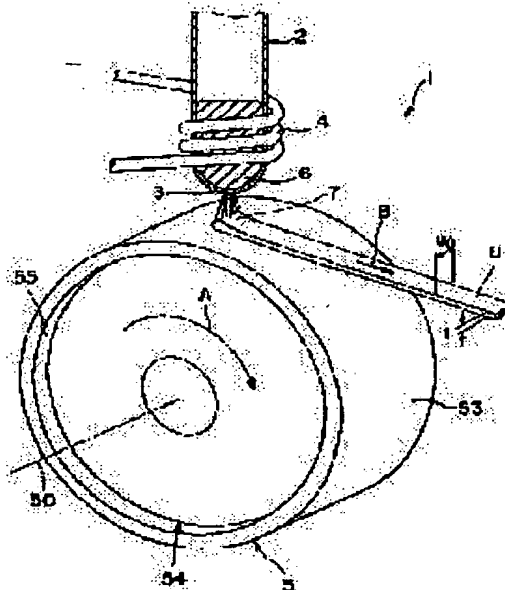
(22)Date of filing : 27.08.1998

(72)Inventor : KATO HIROSHI

(54) MANUFACTURE OF MAGNET MATERIAL AND THE MAGNET MATERIAL AND BONDED MAGNET**(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide magnet materials and a bonded magnet, in which rolled face defects can be suppressed and magnetic characteristics can be made superior.

SOLUTION: Magnet materials are put into a cylindrical body 2 of a quenching thin band manufacturing device 1, and heated and melted by a coil 4, and the melt 6 is ejected from a nozzle 3. The melt 6 is allowed to collide with a peripheral face 53 of a cooling roll 5 which is rotating in the A-direction so that a paddle 7 can be formed, and the melt 6 is cooled rapidly and coagulated, while being dragged along the peripheral face 53 so that a quenched thin film 8 can be formed. The quenched thin band 8 is detached from the peripheral face 53, and advanced in the B-direction. When the pressure of the flow of the melt ejected from the nozzle 3 is set as P1 [Pa] and the pressure of the gas flow of atmospheric gas generated due to the rotation of the cooling roll 5 in the neighborhood of the peripheral face 53 is set as P2 [Pa], the quenched thin band 8 is manufactured such that $0.1 \leq P1/P2 \leq 5.0$ is satisfied.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 18.11.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-77219

(P2000-77219A)

(43) 公開日 平成12年3月14日 (2000.3.14)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
H 0 1 F 1/06		H 0 1 F 1/06	A 4 E 0 0 4
B 2 2 D 11/06	3 7 0	B 2 2 D 11/06	3 7 0 A 5 E 0 4 0
C 2 2 C 1/02	5 0 1	C 2 2 C 1/02	5 0 1 E
	5 0 3		5 0 3 H
33/04		33/04	Z
審査請求 未請求 請求項の数16 O L (全 14 頁)			

(21) 出願番号 特願平10-242353

(22) 出願日 平成10年8月27日 (1998.8.27)

(71) 出願人 000002369

セイコーエプソン株式会社

東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

(72) 発明者 加藤 洋

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

(74) 代理人 100093388

弁理士 鈴木 喜三郎 (外2名)

Fターム(参考) 4E004 DB02 DB15 TA03 TB03 TB04

5E040 AA04 B303 CA01 HB17 NN04

NN06 NN12 NN14 NN17

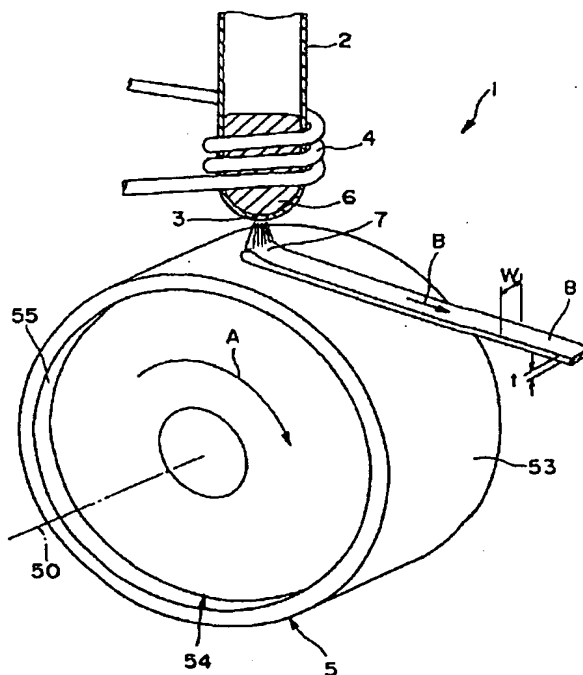
(54) 【発明の名称】 磁石材料の製造方法、磁石材料およびボンド磁石

(57) 【要約】

【課題】 ロール面欠陥が抑制され、磁気特性に優れた磁石材料およびボンド磁石を提供すること。

【解決手段】 急冷薄帯製造装置1の筒体2内に磁石材料を入れ、コイル4により加熱して溶融し、その溶湯6をノズル3から射出する。溶湯6は、A方向に回転する冷却ロール5の周面53に衝突し、パドル7を形成した後、周面53に引きずられつつ急速に冷却されて凝固し、急冷薄帯8が形成される。該急冷薄帯8は、やがて周面53から離れ、B方向に進む。ノズル3から射出される溶湯流の圧力を P_1 [Pa]、冷却ロール5の回転に起因して発生する雰囲気ガスのガス流10の周面53付近の圧力を P_2 [Pa]としたとき、下記式(1)を満足するように急冷薄帯8を製造する。

$$0.1 \leq P_1 / P_2 \leq 5.0 \quad \cdots (1)$$



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 雰囲気ガス中で、磁石材料の溶湯をノズルから射出し、前記ノズルに対し回転している冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して、薄帯状の磁石材料を製造するに際し、

前記ノズルから射出される溶湯流の圧力を P_1 [Pa]、前記冷却ロールの回転に起因して発生する前記雰囲気ガスのガス流の前記周面付近の圧力を P_2 [Pa] としたとき、下記式 (I) を満足するように製造することを特徴とする磁石材料の製造方法。

$$0.1 \leq P_1 / P_2 \leq 5.0 \quad \dots (I)$$

【請求項 2】 雰囲気ガス中で、磁石材料の溶湯をノズルから射出し、前記ノズルに対し回転している冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して、薄帯状の磁石材料を製造するに際し、

風防手段により、前記冷却ロールの回転に起因して発生する前記雰囲気ガスのガス流が前記冷却ロールの側方から周面へ流入するのを抑制しつつ製造を行い、かつ、前記ノズルから射出される溶湯流の圧力を P_1 [Pa]、前記冷却ロールの回転に起因して発生する前記雰囲気ガスのガス流の前記周面付近の圧力を P_2 [Pa] としたとき、下記式 (I) を満足するように製造することを特徴とする磁石材料の製造方法。

$$0.1 \leq P_1 / P_2 \leq 5.0 \quad \dots (I')$$

【請求項 3】 前記風防手段は、冷却ロールの縁部に設けられている請求項 2 に記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 4】 前記冷却ロールの周速度が、1～60 m/秒である請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 5】 前記雰囲気ガスは、不活性ガスである請求項 1 ないし 4 のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 6】 前記冷却ロールの回転に伴う冷却ロール面の最大偏心量が、得られる薄帯状の磁石材料の平均厚さの 2 倍以下である請求項 1 ないし 5 のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 7】 前記磁石材料は、R (ただし、R は、Y を含む希土類元素のうちの少なくとも 1 種) を含む合金である請求項 1 ないし 6 のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 8】 前記磁石材料は、R (ただし、R は、Y を含む希土類元素のうちの少なくとも 1 種) と TM (ただし、TM は、遷移金属のうちの少なくとも 1 種) と B を含む合金である請求項 1 ないし 7 のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 9】 請求項 1 ないし 8 のいずれかに記載の磁石材料の製造方法により製造されたことを特徴とする薄帯状の磁石材料。

【請求項 10】 前記冷却ロールとの接触面において、面積が $2000 \mu m^2$ 以上の巨大ディンプルの占める面

積率が 12% 以下である請求項 9 に記載の薄帯状の磁石材料。

【請求項 11】 請求項 9 または 10 に記載の磁石材料を粉砕して粉末状としたことを特徴とする粉末状の磁石材料。

【請求項 12】 平均粒径が $0.5 \sim 500 \mu m$ である請求項 11 に記載の粉末状の磁石材料。

【請求項 13】 請求項 11 または 12 に記載の粉末状の磁石材料を結合樹脂で結合してなることを特徴とするボンド磁石。

【請求項 14】 前記粉末状の磁石材料の含有量が 82～99.5 wt% である請求項 11 に記載のボンド磁石。

【請求項 15】 保磁力 iH_c が $0.35 MA/m$ 以上である請求項 13 または 14 に記載のボンド磁石。

【請求項 16】 磁気エネルギー積 $(BH)_{max}$ が $50 kJ/m^3$ 以上である請求項 13 ないし 15 のいずれかに記載のボンド磁石。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、磁石材料の製造方法、磁石材料およびボンド磁石に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 磁石材料として、希土類元素を含む合金で構成される希土類磁石材料は、高い磁気特性を有するため、モータ等に用いられた場合に、高性能を発揮する。

【0003】 このような磁石材料は、例えば急冷薄帯製造装置を用いた急冷法により製造される。この製造方法は、次の通りである。

【0004】 所定の合金組成の磁石材料 (以下「合金」と言う) を溶融し、その溶湯を雰囲気ガス中でノズルから射出し、ノズルに対して回転している冷却ロールの周面に衝突させ、該周面と接触させることにより合金を急冷、凝固し、薄帯状 (リボン状) の合金を連続的に形成する。この薄帯状の合金は、急冷薄帯と呼ばれ、速い冷却速度で凝固された結果、そのマクロ組織は、微細な多結晶が集合した状態となっており、優れた磁気特性を発揮する。

【0005】 しかしながら、従来の製造方法では、次のような種々の要因で、磁気特性を低下させることがある。

【0006】 ① 冷却ロールの回転により、雰囲気ガスのガス流が生じるが、このガス流がパドル (= ノズルから射出された溶湯が冷却ロールの周面に衝突した部位に生じる湯だまり) が冷却ロールの周面と急冷薄帯のロール面 (冷却ロールの周面と接触する面) との間に侵入し、これが原因で、急冷薄帯のロール面にディンプル (凹部)、特に巨大ディンプルが生じる。

【0007】 このディンプルが生じると、ディンプル部

分においては、気体の介在により冷却ロールの周面との接触不良が生じ、冷却速度が低下して、急速な凝固が妨げられる。そのため、ディンプルが生じた部位では、合金の結晶粒径が粗大化し、磁気特性が低下する。

【0008】② ノズルから射出される溶湯の体積流量を多くすると、パドルが安定的に形成されず、揺らぎが大きくなり、その結果、均一サイズの急冷薄帯が得られなくなる。これにより、急冷薄帯の各部で冷却速度にムラが生じ、結晶粒径が粗大化した部分（＝低磁気特性の部分）も形成されるので、全体として磁気特性が低下することとなる。

【0009】③ 前記②の欠点を解消するために、ノズルから射出される溶湯の体積流量を少なくすると、生産性が低くなるとともに、溶湯流が途切れたり、溶湯がノズルを通過する際に温度低下の影響を受け易くなり、収率の低下、結晶粒径の粗大化やムラの発生が生じる。

【0010】以上のような低磁気特性の部分を含む急冷薄帯を用いて製造された永久磁石も、同様に磁気特性が低いものとなり、また、耐食性も低下する。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、高い磁気特性が得られ、収率の良い磁石材料の製造方法、磁石材料およびボンド磁石を提供することにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】このような目的は、下記の本発明（１）～（１６）により達成される。

【0013】（１） 雰囲気ガス中で、磁石材料の溶湯をノズルから射出し、前記ノズルに対し回転している冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して、薄帯状の磁石材料を製造するに際し、前記ノズルから射出される溶湯流の圧力を P_1 [Pa]、前記冷却ロールの回転に起因して発生する前記雰囲気ガスのガス流の前記周面付近の圧力を P_2 [Pa] としたとき、下記式（１）を満足するように製造することを特徴とする磁石材料の製造方法。

【0014】

$$0.1 \leq P_1 / P_2 \leq 5.0 \quad \dots (1)$$

（２） 雰囲気ガス中で、磁石材料の溶湯をノズルから射出し、前記ノズルに対し回転している冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して、薄帯状の磁石材料を製造するに際し、風防手段により、前記冷却ロールの回転に起因して発生する前記雰囲気ガスのガス流が前記冷却ロールの側方から周面へ流入するのを抑制しつつ製造を行い、かつ、前記ノズルから射出される溶湯流の圧力を P_1 [Pa]、前記冷却ロールの回転に起因して発生する前記雰囲気ガスのガス流の前記周面付近の圧力を P_2

[Pa] としたとき、下記式（１）を満足するように製造することを特徴とする磁石材料の製造方法。

【0015】

$$0.1 \leq P_1 / P_2 \leq 5.0 \quad \dots (1)$$

（３） 前記風防手段は、冷却ロールの縁部に設けられている上記（２）に記載の磁石材料の製造方法。

【0016】（４） 前記冷却ロールの周速度が、 $1 \sim 60 \text{ m/秒}$ である上記（１）ないし（３）のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【0017】（５） 前記雰囲気ガスは、不活性ガスである上記（１）ないし（４）のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【0018】（６） 前記冷却ロールの回転に伴う冷却ロール面の最大偏心量が、得られる薄帯状の磁石材料の平均厚さの２倍以下である上記（１）ないし（５）のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【0019】（７） 前記磁石材料は、R（ただし、Rは、Yを含む希土類元素のうちの少なくとも１種）を含む合金である上記（１）ないし（６）のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【0020】（８） 前記磁石材料は、R（ただし、Rは、Yを含む希土類元素のうちの少なくとも１種）とT M（ただし、TMは、遷移金属のうちの少なくとも１種）とBを含む合金である上記（１）ないし（７）のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【0021】（９） 上記（１）ないし（８）のいずれかに記載の磁石材料の製造方法により製造されたことを特徴とする薄帯状の磁石材料。

【0022】（１０） 前記冷却ロールとの接触面において、面積が $2000 \mu\text{m}^2$ 以上の巨大ディンプルの占める面積率が 12% 以下である上記（９）に記載の薄帯状の磁石材料。

【0023】（１１） 上記（９）または（１０）に記載の磁石材料を粉砕して粉末状としたことを特徴とする粉末状の磁石材料。

【0024】（１２） 平均粒径が $0.5 \sim 500 \mu\text{m}$ である上記（１１）に記載の粉末状の磁石材料。

【0025】（１３） 上記（１１）または（１２）に記載の粉末状の磁石材料を結合樹脂で結合してなることを特徴とするボンド磁石。

【0026】（１４） 前記粉末状の磁石材料の含有量が $82 \sim 99.5 \text{ wt}\%$ である上記（１１）に記載のボンド磁石。

【0027】（１５） 保磁力 iH_c が 0.35 MA/m 以上である上記（１３）または（１４）に記載のボンド磁石。

【0028】（１６） 磁気エネルギー積 $(BH)_{\text{max}}$ が 50 kJ/m^3 以上である上記（１３）ないし（１５）のいずれかに記載のボンド磁石。

【0029】

【発明の実施の形態】以下、本発明の磁石材料の製造方法、磁石材料およびボンド磁石について、添付図面を参照しつつ詳細に説明する。

【0030】図１は、本発明の磁石材料を単ロール法に

より製造する装置（急冷薄帯製造装置）の構成例を示す斜視図、図2は、図1に示す装置における溶湯の冷却ロールへの衝突部位付近の状態を示す断面側面図、図3は、冷却ロールの断面図である。

【0031】図1に示すように、急冷薄帯製造装置1は、磁石材料を収納し得る筒体2と、該筒体2に対し図中矢印A方向に回転する冷却ロール5とを備えている。筒体2の下端には、磁石材料の溶湯を射出するノズル（オリフィス）3が形成されている。

【0032】また、筒体2のノズル3近傍の外周には、加熱用のコイル4が配置され、このコイル4に例えば高周波を印加することにより、筒体2内を加熱（誘導加熱）し、筒体2内の磁石材料を溶融状態にする。

【0033】冷却ロール5は、基部51と、冷却ロール5の周面53を形成する表面層52とで構成されている。

【0034】基部51は、例えば銅または銅系合金のような熱伝導率の高い金属材料で構成されているのが好ましく、表面層52は、基部51と同等の熱伝導率を有する金属材料か、または基部51より熱伝導率が低い金属材料で構成されているのが好ましい。これにより、急冷薄帯8のロール面（冷却ロール5の周面53と接触する面）81側とフリー面（冷却ロール5の周面53と接触しない側の面）82側との冷却速度の差をより小さくすることができ、結晶粒径の均一化を図ることができる。

【0035】また、基部51と、表面層52とが同一材料で一体的に形成されていてもよい。

【0036】冷却ロール5の周面53の表面粗さは、特に限定されないが、中心線平均粗さRaで5μm以下とするのが好ましく、0.3μm以下とするのがより好ましい。周面53の表面粗さが粗過ぎると、製造された急冷薄帯の厚さが不均一となり易く、結晶粒径がばらつき、磁気特性がばらつく原因となることがある。

【0037】このような急冷薄帯製造装置1は、チャンパー（図示せず）内に設置され、該チャンパー内に好ましくは不活性ガスやその他の雰囲気ガスが充填された状態で作動する。特に、急冷薄帯8の酸化を防止するために、雰囲気ガスは、不活性ガスであるのが好ましい。

【0038】不活性ガスとしては、例えばアルゴンガス、ヘリウムガス、窒素ガス等が挙げられる。

【0039】急冷薄帯製造装置1では、筒体2内に磁石材料を入れ、コイル4により加熱して溶融し、その溶湯6をノズル3から射出すると、図2に示すように、溶湯6は、冷却ロール5の周面53に衝突し、パドル（湯溜り）7を形成した後、回転する冷却ロール5の周面53に引きずられつつ急速に冷却されて凝固し、急冷薄帯8が連続的または断続的に形成される。このようにして形成された急冷薄帯8は、やがて、そのロール面81が周面53から離れ、図1中の矢印B方向に進行する。なお、図2中、パドル7における溶湯の凝固界面71を点

線で示す。

【0040】急冷薄帯製造装置1を用いた急冷薄帯の製造においては、冷却ロール5の回転に起因して、冷却ロール5の周面53付近に雰囲気ガスのガス流（粘性流）10が発生する。このガス流10は、パドル7の周辺（溶湯6が周面53に衝突した部位）においても同様に発生し、ロール面81に巨大ディンプル等のロール面欠陥を生じさせる原因となる。

【0041】従って、これを防止するために、本発明では、ノズル3から射出される溶湯流の圧力を P_1 [P_a]、冷却ロール5の回転に起因して発生する雰囲気ガスのガス流10の周面53付近（特にパドル7周辺の周面53付近）の圧力を P_2 [P_a]としたとき、下記式（I）を満足するように急冷薄帯8を製造する。

【0042】

$$0.1 \leq P_1 / P_2 \leq 5.0 \quad \cdots (I)$$

また、式（I）に代わり、式（II）を満足する条件で急冷薄帯8を製造するのがより好ましく、式（III）を満足する条件で急冷薄帯8を製造するのがさらに好ましい。

【0043】

$$0.1 \leq P_1 / P_2 \leq 4.0 \quad \cdots (II)$$

$$0.12 \leq P_1 / P_2 \leq 3.0 \quad \cdots (III)$$

P_1 / P_2 の値が前記式中の下限值未満であると、急冷薄帯8のロール面81に巨大ディンプル13等のロール面欠陥が生じ易くなる。巨大ディンプル13の部分においては、気体の介在により冷却ロール5の周面53との接触不良が生じ、冷却速度が低下して、急速な凝固が妨げられる。そのため、巨大ディンプル13が生じた部位では、合金の結晶粒径が粗大化し、磁気特性が低下する。

【0044】一方、 P_1 / P_2 の値が前記式中の上限値を超えると、パドル7が安定的に形成されず、揺らぎが大きくなり、その結果、均一サイズの急冷薄帯8が得られなくなる。これにより、急冷薄帯8の各部で冷却速度にムラが生じ、結晶粒径が粗大化した部分（＝低磁気特性の部分）も形成されるので、全体として磁気特性が低下することとなる。

【0045】なお、 P_1 、 P_2 は、例えば次のようにして求めることができる。

【0046】溶湯噴射圧（ノズルから噴出するときの圧力）： P_1 、溶湯の密度： ρ_L 、冷却ロールの周速度： V_r 、溶湯流の流速： V_L 、雰囲気ガスの圧力： P_{amb} 、雰囲気ガスの密度： ρ_g としたとき、溶湯流の圧力 P_1 は、下記式（IV）で表される。

【0047】

$$P_1 = k \times \rho_L \times V_L^2 \quad (k \text{ は定数}) \quad \cdots (IV)$$

ここで、 V_L^2 は、流体に関するベルヌーイの式および質量保存の式から、溶湯噴射圧 P_1 に比例する。よって、式（IV）は、下記式（V）で表される。

【0048】

$$P_1 = k' \times \rho_L \times P_i \quad (k' \text{ は定数}) \quad \dots (V)$$

一方、冷却ロール5の周面53上の雰囲気ガス流の圧力 【0049】
 P_2 は、下記式 (VI) で表される。

$$P_2 = P_{amb} + 1/2 \times \rho_g \times V_r^2 \quad \dots (VI)$$

溶湯噴射圧 P_i は、特に規定されないが、ノズル3からの溶湯6の噴射が円滑に行われるように、1000 Pa 以上であることが好ましく、2000 Pa 以上であることがより好ましい。また、溶湯6の冷却ロール周面53上で跳ね返り（飛散）を防止し、安定したパドル7を形成するために、100000 Pa 以下であることが好ましく、500000 Pa 以下であることがより好ましい。

【0050】また、雰囲気ガスの圧力 P_{amb} は、特に限定されないが、大気圧よりも低い0~101000 Pa が好ましく、10000~101000 Pa がより好ましい。

【0051】冷却ロール5の周速度 V_r は、特に限定されず、溶湯6の合金組成、周面53の状態等によりその好適な範囲が異なるが、通常、1~60 m/秒であるのが好ましく、5~40 m/秒であるのがより好ましい。冷却ロール5の周速度が遅すぎると、結晶粒径が増大する傾向となり、逆に冷却ロール5の周速度が速すぎると、非晶質となり易く、いずれの場合にも、磁気特性が低下する。

【0052】以上のように、式 (I) 等を満足する条件で急冷薄帯8を製造することにより、高磁気特性の磁石材料を安定的に、特に高い生産性、高い収率で製造することができる。そして、このような磁石材料を用いて永久磁石、特にボンド磁石を製造した場合、磁気特性が優

れ、信頼性の高い磁石が得られる。

【0053】本発明では、風防手段により、冷却ロール5の回転に起因して発生する雰囲気ガスのガス流11が冷却ロール5の側方から周面53へ流入するのを抑制しつつ急冷薄帯8の製造を行うのが好ましい。

【0054】風防手段としては、冷却ロール5と別部材（冷却ロール5と共に回転しない部材）で構成することもできるが、冷却ロール5に設けられているのが好ましい。以下、図示の実施形態における風防手段の構成について説明する。

【0055】図1および図3に示すように、冷却ロール5は、風防手段として、それ自体に設けられた一対の凸条（リップ）55、55を有している。これらの凸条55は、冷却ロール5の側方からのガス流11が周面53に流入するのを阻止する機能を有し、冷却ロール5の一方の縁部（エッジ部）54と、他方の縁部（エッジ部）54とに対称に形成されている。

【0056】また、各凸条55は、それぞれ、冷却ロール5の回転軸（軸線）50に平行な方向に向って突出している。

【0057】また、図3に示すように、各凸条55の横断面形状は、それぞれ、矩形（四角形）である。これにより、より確実に、ガス流11が冷却ロール5の側方から周面53に流入するのを阻止することができる。

【0058】なお、各凸条55の形状や寸法（高さ a 、幅 b 等）は、特に限定されず、冷却ロール5の周面（冷却面）53の部分の直径等の諸条件に応じて適宜設定される。

【0059】この場合、冷却ロール5の周面53の部分の直径（以下、単に「冷却ロール5の直径」と言う）を L 、凸条55の突出方向の高さを a としたとき、 a/L が、 $1 \times 10^{-4} \sim 5 \times 10^{-1}$ であるのが好ましく、 $1 \times 10^{-3} \sim 2 \times 10^{-1}$ であるのがより好ましい。

【0060】 a/L が前記上限を超えると、冷却ロール5が大型化し、また、冷却ロール5の回転に伴う回転モーメントが大きくなり、凸条55の寸法精度が悪い場合には、冷却ロール5の周面53の後述する最大偏心量を大きくする原因となる。

【0061】また、 a/L が前記下限未満であると、ガス流11の流速等の条件によっては、ガス流11が冷却ロール5の側方から周面53に流入することがある。

【0062】冷却ロール5は、凸条55が一体的に形成されていてもよく、また、凸条55が別体として接合されていてもよい。

【0063】凸条55を一体的に形成する場合には、例えば、切削加工等により前記凸条55を形成することができる。

【0064】また、凸条55を別体とする場合には、例えば、冷却ロール5の基部51に対し、その基部より幅の広い円筒状の表面層52を接合することにより、前記凸条55を形成することができる。

【0065】図4は、本発明の冷却ロールの他の構成例を示す断面図である。同図に示す冷却ロール5では、各凸条55は、それぞれ、冷却ロール5の径方向に向って突出している。

【0066】この冷却ロール5でも、図3に示す冷却ロール5と同様の作用・効果が得られる。 a/L の値についても、前記と同様である。

【0067】そして、この冷却ロール5では、図4中下側からのガス流11のみならず、図4中左側および右側（横方向）からのガス流の周面53への流入を阻止することができる。

【0068】なお、本発明では、冷却ロール5の凸条55の形成方法、横断面形状、突出方向、設置数等の諸条件（構成）は、図示の各実施例に限定されないことは言

うまでもない。例えば、凸条の横断面形状は、三角形、扇形等であってもよい。

【0069】以上のような風防手段を設けることにより、冷却ロール5の周面53とパドル7のロール面81との間へのガス流の侵入が抑制され、巨大ディンプル等のロール面欠陥の発生がさらに少なくなる。これにより、急冷薄帯8は、速い冷却速度で冷却され、結晶粒の粗大化が防止され、よって、磁気特性がより一層向上する。

【0070】その結果、このような急冷薄帯8から得られた磁石粉末を用いてボンド磁石を製造した場合、高機械的強度で、耐熱性、耐食性に優れるボンド磁石が得られる。

【0071】ところで、急冷薄帯製造装置1においては、冷却ロール5自体の寸法精度（真円度）や、冷却ロール5の軸受けに対する取り付け精度等から、冷却ロール5が回転するに際し、図5に示すように、若干の偏心（軸振れ）が生じる。この偏心が大きいと、パドル7における溶融合金の表面や凝固界面71が振動し、得られた急冷薄帯8の寸法（幅 w 、厚さ t ）に変動が生じたり、急冷薄帯8のロール面81が冷却ロール5の周面53と接触している時間に変動が生じたりする。さらに、ロール面欠陥の発生率も高まる。その結果、急冷薄帯8の冷却速度等が変動し、磁気特性にバラツキが生じる。そして、このような急冷薄帯8から得られた磁石粉末やそれを用いたボンド磁石は、磁気特性が低下する。

【0072】このようなことを防止するために、本発明では、冷却ロール5の回転に伴う冷却ロール5の周面53の最大偏心量 ΔR （図5参照）を、得られる急冷薄帯8の厚さ（平均厚さ） t の2倍以下とするのが好ましく、1.5倍以下とするのがより好ましく、1倍以下とするのがさらに好ましい。これにより、得られた急冷薄帯8の磁気特性をより均一にすることができる。そして、これより製造されたボンド磁石の磁気特性をさらに高めることができる。

【0073】特に、本発明では、このような最大偏心量 ΔR を規定することと、前述した式（I）等を満足することとの相乗効果、さらには、風防手段を設けることとの相乗効果により、より一層優れた磁気特性を発揮するものである。

【0074】ここで、最大偏心量 ΔR の下限値は、特に限定されないが、冷却ロール5の周面53の加工精度の限界や、冷却ロール5を支持する軸受けの精度の限界から、0.1 μm 程度とすることができる。

【0075】なお、最大偏心量 ΔR は、例えば、レーザ変位計、静電式変位計、精密ゲージ等の精密寸法測定機器により測定することができる。

【0076】本発明における磁石材料としては、R（ただし、Rは、Yを含む希土類元素のうちの少なくとも1種）を含む合金、特にR（ただし、Rは、Yを含む希土

類元素のうちの少なくとも1種）とTM（ただし、TMは、遷移金属のうちの少なくとも1種）とBとを含む合金のような希土類磁石材料が挙げられ、次の〔1〕～〔4〕の組成のものが好ましい。

【0077】〔1〕 Smを主とする希土類元素と、Coを主とする遷移金属とを基本成分とするもの（以下、Sm-Co系合金と言う）。

【0078】〔2〕 R（ただし、RはYを含む希土類元素のうちの少なくとも1種）と、Feを主とする遷移金属と、Bとを基本成分とするもの（以下、R-Fe-B系合金と言う）。

【0079】〔3〕 Smを主とする希土類元素と、Feを主とする遷移金属と、Nを主とする格子間元素とを基本成分とするもの（以下、Sm-Fe-N系合金と言う）。

【0080】〔4〕 R（ただし、RはYを含む希土類元素のうちの少なくとも1種）とFe等の遷移金属とを基本成分とし、ナノメートルレベルで磁性相を有するもの（ナノ結晶磁石）。

【0081】Sm-Co系合金の代表的なものとしては、 SmCo_5 、 $\text{Sm}_2\text{TM}_{17}$ （ただしTMは、遷移金属）が挙げられる。

【0082】R-Fe-B系合金の代表的なものとしては、Nd-Fe-B系合金、Pr-Fe-B系合金、Nd-Pr-Fe-B系合金、Ce-Nd-Fe-B系合金、Ce-Pr-Nd-Fe-B系合金、これらにおけるFeの一部をCo、Ni等の他の遷移金属で置換したもの等が挙げられる。

【0083】Sm-Fe-N系合金の代表的なものとしては、 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ 合金を窒化して作製した $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ が挙げられる。

【0084】前記希土類元素としては、Y、La、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、ミッシュメタルが挙げられ、これらを1種または2種以上含むことができる。また、前記遷移金属としては、Fe、Co、Ni等が挙げられ、これらを1種または2種以上含むことができる。また、磁気特性を向上させるために、磁石材料中には、必要に応じ、B、Al、Cu、Ga、Si、Ti、V、Ta、Zr、Nb、Mo、Hf、Ag、Zn、P、Ge等を含有することもできる。

【0085】以上のような製造方法により得られる本発明の急冷薄帯（薄帯状の磁石材料）8は、ロール面81において、巨大ディンプル等のロール面欠陥の発生が抑制される。すなわち、ロール面81において、面積が2000 μm^2 以上の巨大ディンプル13の占める面積率を好ましくは12%以下、より好ましくは10.7%以下、さらに好ましくは7%以下とすることができる。

【0086】また、急冷薄帯8は、例えば、平均結晶粒径を50nm以下とすること、特に30nm以下とする

10

20

30

40

50

ことができる。

【0087】以上のような急冷薄帯8を粉碎することにより、本発明の粉末状の磁石材料（磁石粉末）が得られる。

【0088】粉碎の方法は、特に限定されず、例えばボールミル、振動ミル、ジェットミル、ピンミル等の各種粉碎装置、破砕装置を用いて行うことができる。この場合、粉碎は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下（例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中のような、非酸化性雰囲気中で行うこともできる。

【0089】このような磁石粉末は、同一組成のもののみならず、異なる2種以上の組成の磁石粉末を混合したものでもよい。例えば、前記【1】～【4】の組成のものうち、少なくとも2種を混合したものが挙げられる。この場合、混合する各磁石粉末の利点を併有することができ、より優れた磁気特性を容易に得ることができる。

【0090】また、磁石粉末の平均粒径は、特に限定されないが、後述するボンド磁石を製造用のものの場合、粉末の製造の容易性、磁気特性の低下防止等を考慮して、 $0.5 \sim 500 \mu\text{m}$ 程度が好ましく、 $0.5 \sim 200 \mu\text{m}$ 程度がより好ましく、 $1 \sim 100 \mu\text{m}$ 程度がさらに好ましい。また、後述するような少量の結合樹脂で成形時の良好な成形性を得るために、磁石粉末の粒径分布は、ある程度分散されている（バラツキがある）のが好ましい。これにより、得られたボンド磁石の空孔率を低減することができ、ボンド磁石の機械的強度をより高め、磁気特性をさらに向上することができる。

【0091】なお、異なる2種以上の組成の磁石粉末を混合したものの場合、混合する磁石粉末の組成毎に、その平均粒径が異なってもよい。また、このような混合粉末の場合、異なる2種以上の組成の磁石粉末のうちの少なくとも1種が前述した本発明の方法により製造されたものであればよい。

【0092】また、本発明の粉末状の磁石材料は、ボンド磁石の製造に用いるものに限定されず、例えば、焼結磁石の製造に用いるものであってもよい。

【0093】次に、本発明のボンド磁石について説明する。

【0094】本発明のボンド磁石は、前述の磁石粉末を結合樹脂で結合してなるものである。

【0095】結合樹脂（バインダー）としては、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂のいずれでもよい。

【0096】熱可塑性樹脂としては、例えば、ポリアミド（例：ナイロン6、ナイロン46、ナイロン66、ナイロン610、ナイロン612、ナイロン11、ナイロン12、ナイロン6-12、ナイロン6-66）、熱可塑性ポリイミド、芳香族ポリエステル等の液晶ポリマ

ー、ポリフェニレンオキシド、ポリフェニレンサルファイド、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン-酢酸ビニル共重合体等のポリオレフィン、変性ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等のポリエステル、ポリエーテル、ポリエーテルエーテルケトン、ポリエーテルイミド、ポリアセタール等、またはこれらを主とする共重合体、ブレンド体、ポリマーアロイ等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0097】これらのうちでも、成形性が特に優れており、機械的強度が高いことから、ポリアミド、耐熱性向上の点から、液晶ポリマー、ポリフェニレンサルファイドを主とするものが好ましい。また、これらの熱可塑性樹脂は、磁石粉末との混練性にも優れている。

【0098】このような熱可塑性樹脂は、その種類、共重合化等により、例えば成形性を重視したものや、耐熱性、機械的強度を重視したものというように、広範囲の選択が可能となるという利点がある。

【0099】一方、熱硬化性樹脂としては、例えば、ビスフェノール型、ノボラック型、ナフタレン系等の各種エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹脂、ポリエステル（不飽和ポリエステル）樹脂、ポリイミド樹脂、シリコーン樹脂、ポリウレタン樹脂等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0100】これらのうちでも、成形性が特に優れており、機械的強度が高く、耐熱性に優れるという点から、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリイミド樹脂、シリコーン樹脂が好ましく、エポキシ樹脂が特に好ましい。また、これらの熱硬化性樹脂は、磁石粉末との混練性、混練の均一性にも優れている。

【0101】なお、使用される熱硬化性樹脂（未硬化）は、室温で液状のものでも、固形（粉末状）のものでもよい。

【0102】このような本発明のボンド磁石は、例えば次のようにして製造される。磁石粉末と、結合樹脂と、必要に応じ添加剤（酸化防止剤、潤滑剤等）を含むボンド磁石用組成物（コンパウンド）を製造し、このボンド磁石用組成物を用いて、圧縮成形、押出成形、射出成形等の方法により、磁場中または無磁場中で所望の磁石形状に成形する。結合樹脂が熱硬化性樹脂の場合には、成形後、加熱等によりそれを硬化する。

【0103】ボンド磁石中の磁石粉末の含有量は、82～99.5wt%程度であるのが好ましく、90～99wt%程度であるのがより好ましい。特に、ボンド磁石が圧縮成形により製造されたものの場合には、磁石粉末の含有量は、93～99.5wt%程度であるのが好ましく、95～99wt%程度であるのがより好ましい。

【0104】磁石粉末の含有量が少なすぎると、磁石粉

末の持つ高い磁気特性を生かすことができず、ボンド磁石の磁気特性（特に磁気エネルギー積）の向上が十分に図れない。また、磁石粉末の含有量が多すぎると、相対的に結合樹脂の含有量が少なくなり、成形性が低下する。

【0105】このような本発明のボンド磁石は、その原材料となる前述した急冷薄帯8の特性や、ボンド磁石の製造条件、ボンド磁石中に含まれる磁石粉末の含有量の多さ等から、優れた磁気特性を発揮する。

【0106】すなわち、本発明のボンド磁石は、保磁力 iH_c が好ましくは 0.35 MA/m 以上、より好ましくは 0.50 MA/m 以上である。

【0107】また、本発明のボンド磁石、特に無磁場で成形されたボンド磁石は、磁気エネルギー積 $(BH)_{\max}$ が好ましくは 50 kJ/m^3 以上、より好ましくは 70 kJ/m^3 以上である。

【0108】また、本発明のボンド磁石は、 H_k/iH_c が好ましくは 0.25 以上、より好ましくは 0.28 以上、さらに好ましくは 0.30 以上である。

【0109】ここで、 iH_c は、ボンド磁石の保磁力と残留磁束密度との関係を測定して得られた $M-H$ カーブにおいて、残留磁束密度の値が0のときの保磁力の値である。また、 H_k は、前記 $M-H$ カーブにおいて、保磁力が0のときの残留磁束密度の値の80%の値に対応する保磁力の値である。

【0110】本発明のボンド磁石の形状、寸法等は特に限定されず、例えば、形状に関しては、例えば、円柱状、角柱状、円筒状（リング状）、円弧状、平板状、湾曲板状等のあらゆる形状のものが可能であり、その大きさも、大型のものから超小型のものまであらゆる大きさのものが可能である。

【0111】

【実施例】以下、本発明の具体的実施例について説明する。

【0112】（実施例1～3、比較例1～4）

1. 急冷薄帯の製造

$\text{Nd}_{12} \text{Fe}_{64.1} \text{Co}_6 \text{B}_{5.4}$ （原子比）なる組成となるように、純度が99.5%以上のNd、Fe、Co、Bを用いて、総量が1kgとなるように秤量し、アルミナ製のろつぼ中に投入し、Arガス雰囲気中で高周波溶解し、母合金を作製した。

【0113】図1に示す構成の急冷薄帯製造装置1を用意し、前記母合金より約15gのインゴット片を切り出し、それを底部にノズル（直径0.6mmの円孔オリフィス）を設けた透明石英管に入れた。

【0114】急冷薄帯製造装置1が収納されているチャンバー内を脱気してからアルゴンガスを導入し、雰囲気ガスとした。この雰囲気ガス中で高周波加熱により前記インゴット片を溶解し、溶湯温度を1300℃とした。

【0115】次に、圧力 P_{amb} : 100 kPa のア

ルゴンガス雰囲気中で、2000回転/分の回転数にて回転する冷却ロールの周面に向けて溶湯を溶湯噴射圧 P_i : $5 \sim 1000 \text{ kPa}$ で噴射し、幅 w : $1 \sim 2 \text{ mm}$ 、厚さ t : $30 \sim 40 \mu\text{m}$ の急冷薄帯を作製した。

【0116】なお、用いた冷却ロールの条件は、次の通りである。

【0117】冷却ロールの周面の直径 : 200 mm

冷却ロールの周面の幅 : 30 mm

冷却ロールの表面層 : 銅製（厚さ : 5 mm ）

冷却ロールの周面の表面粗さ : 中心線平均粗さ $R_a \leq$

$0.1 \mu\text{m}$

風防手段 : ロールの両縁部に表面層の幅を延長して形成された凸条（図3に示す形状、高さ a : 5 mm 、幅 b : 5 mm ）

また、冷却ロールの回転による冷却ロール周面の最大偏心量 ΔR をレーザ変位計により測定したところ、 $\Delta R = 25 \mu\text{m}$ であった。

【0118】溶湯噴射圧 P_i を種々変更し、他の条件は一定として、下記表1に示す実施例1～3、比較例1～4の6種の急冷薄帯を製造した。なお、比較例4は、 $\Delta R = 90 \mu\text{m}$ ($> 2t$) である以外は同様の冷却ロールを用い、比較例3とほぼ同様の条件で急冷薄帯を製造したものである。

【0119】実施例1～3、比較例1～4の各急冷薄帯の製造条件を下記表1に示す。

【0120】得られた各急冷薄帯の寸法（幅 w 、厚さ t ）を下記表2に示す。ここで、幅 w は、マイクロスコブにより1試料につき5点以上の測定点で測定し、これを平均した値とした。また、厚さ t は、急冷薄帯の横断面積を測定し、その値を幅 w で除して求めた。

【0121】2. 急冷薄帯の性能評価

次に、得られた各急冷薄帯について、以下の項目を評価した。それらの結果を下記表2に示す。

【0122】＜ロール面欠陥＞各急冷薄帯について、ロール面を走査型電子顕微鏡（SEM）で観察し、さらに画像解析を行った。画像解析の結果より、ロール面に対する面積 $2000 \mu\text{m}^2$ 以上の巨大ディンプル（以下単に「巨大ディンプル」と言う）の占める面積率（%）を算出した。

【0123】＜平均結晶粒径＞各急冷薄帯について、透過型電子顕微鏡（TEM）による組織観察を行い、その結果から、画像処理等の方法により、平均結晶粒径を求めた。

【0124】＜磁気特性＞磁気特性として、保磁力 iH_c および磁気エネルギー積 $(BH)_{\max}$ を測定した。測定には、振動試料型磁力計（VSM）を用いた。また、急冷薄帯の長手方向が印加磁場の方向になるように急冷薄帯をセットし、最大印加磁場 1.44 MA/m にて測定した。

【0125】＜収率＞急冷薄帯の収率を求めた。その方

法は、チャンバー内の急冷薄帯飛行方向の前方に急冷薄帯の回収室を設け、溶湯射出終了後、その回収室に回収された急冷薄帯の総重量を測定し、この総重量の投入イ

ンゴット重量に対する比率を求め、収率(%)とした。

【0126】

【表1】

表 1 急冷薄帯の製造条件

	溶湯噴射圧 P_1 (Pa)	溶湯流の圧力 P_2 (Pa)	雰囲気ガス圧力 P_{amb} (Pa)	雰囲気ガス密度 ρ_g (g/l)	冷却ロールの周速度 V_r (m/s)	ガス流の圧力 P_g (Pa)	P_1 / P_g
実施例1	20000	7830	61300	0.982	20.9	61514	0.13
実施例2	80000	22900	61300	0.982	20.9	61514	0.37
実施例3	100000	38000	61300	0.982	20.9	61514	0.62
比較例1	5000	2170	61300	0.982	20.9	61514	0.04
比較例2	10000	4050	61300	0.982	20.9	61514	0.07
比較例3	1000000	377700	61300	0.982	20.9	61514	6.14
比較例4	1000000	377700	61300	0.982	20.9	61514	6.14

【0127】

【表2】

表 2 急冷薄帯の特性

	急冷薄帯の幅 w (mm)	急冷薄帯の厚さ t (μm)	巨大ディンプルの面積率 (%)	平均結晶粒径 (nm)	iH_c (MA/m)	$(BH)_{max}$ (kJ/m ³)	収率 (%)
実施例1	0.73	25.8	10.2	25	0.68	128.9	92
実施例2	0.85	26.3	4.3	30	0.63	117.8	94
実施例3	0.94	27.1	3.2	30	0.65	126.5	90
比較例1	0.51	25.5	29.8	310	0.34	65.6	78
比較例2	0.62	25.3	0.3	280	0.31	78.8	83
比較例3	1.33	29.3	0.2	330	0.28	62.3	77
比較例4	1.30	28.7	1.2	380	0.19	54.7	70

【0128】上記各表からわかるように、実施例1～3の各急冷薄帯では、いずれも、ロール面欠陥が少なく、結晶粒の微細化が図れ、その結果、高い磁気特性が得られている。また、実施例1～3の各急冷薄帯は、いずれも、収率が高く、高い生産性を有することがわかる。

【0129】これに対し、比較例1～4の各急冷薄帯は、実施例1～3に比べ、ロール面欠陥が多く、磁気特性が劣り、また、収率も低い。特に、冷却ロール周囲の最大偏心量 ΔR が大きい比較例4は、比較例3に比べ、磁気特性がさらに低下している。

【0130】3. ボンド磁石の製造

実施例1～3、比較例1～4の各急冷薄帯を粉砕機（ライカイ機）により不活性ガス中で粉砕して、最大粒径 $\leq 150 \mu\text{m}$ 、平均粒径 $50 \mu\text{m}$ の磁石粉末とし、この磁石粉末と、エポキシ樹脂 1.6 wt % と、ヒドラジン系酸化防止剤 0.1 wt % と、ステアリン酸塩（潤滑

剤）0.05 wt % とを混合し、この混合物を十分に混練（120℃×10分）して、ボンド磁石用組成物（コンパウンド）を作製した。

【0131】次いで、このコンパウンドを粉砕して粒状とし、この粒状物を秤量してプレス装置の金型内に充填し、材料温度 130℃、圧力 7 ton/cm² で圧縮成形（無磁場中）して成形体を得た。

【0132】成形体を離型後、窒素ガス雰囲気中で1時間加熱処理し、エポキシ樹脂を熱硬化させて、10mm×10mm×10mmの立方体形状のボンド磁石（実施例1～3、比較例1～4）を得た。

【0133】なお、各ボンド磁石中の磁石粉末の含有量は、それぞれ約 97.5 wt % であった。

【0134】4. ボンド磁石の性能評価

実施例1～3、比較例1～4の各ボンド磁石について、以下の項目を評価した。その結果を下記表3に示す。

【0135】＜磁気特性＞ボンド磁石の磁気特性として、保磁力 iH_c 、磁気エネルギー積 $(BH)_{max}$ および H_k/iH_c を測定した。測定には、直流自記磁束計を用い、最大印加磁場 $2MA/m$ にて測定した。

【0136】＜耐食性＞ボンド磁石に対し、 $60^\circ C \times 95\%RH$ で500時間までの恒温恒湿試験を行い、耐食性を調べた。この耐食性は、ボンド磁石表面における錆の発生の有無を目視により判別し、錆の発生の度合いで

4段階に評価した。

【0137】

◎：錆の発生が全く無い

○：錆の発生が僅かに有り

△：錆の発生有り

×：錆の発生が顕著に有り

【0138】

【表3】

表 3 ボンド磁石の特性

	iH_c (MA/m)	$(BH)_{max}$ (kJ/m ³)	H_k/iH_c	耐食性
実施例1	0.65	89.2	0.31	○
実施例2	0.60	91.8	0.33	○
実施例3	0.62	94.2	0.34	○
比較例1	0.29	64.0	0.23	×
比較例2	0.28	58.9	0.22	○
比較例3	0.25	59.3	0.23	○
比較例4	0.18	46.5	0.21	△

【0139】上記表3からわかるように、実施例1～3の本発明のボンド磁石は、いずれも、保磁力 iH_c $0.6MA/m$ 以上、磁気エネルギー積 $(BH)_{max}$ が $80kJ/m^3$ 以上、 H_k/iH_c が0.3以上と、優れた磁気特性を有しているとともに、耐食性も優れている。

【0140】これに対し、比較例1～4のボンド磁石は、本発明のボンド磁石に比べて磁気特性が低く、また耐食性も劣るものであった。

【0141】（実施例4～6、比較例5～7）

1. 急冷薄帯の製造

$Nd_{10}Fe_{81}B_{11}$ 、 $Co_{60}B_{40}$ （原子比）なる組成となるように、純度が99.5%以上のNd、Fe、Co、Bを用いて、総量が1kgとなるように秤量し、アルミナ製のるつぼ中に投入し、Arガス雰囲気中で高周波溶解し、母合金を作製した。

【0142】図1に示す構成の急冷薄帯製造装置1を用意し、前記母合金より約15gのインゴット片を切り出し、それを底部にノズル（直径0.6mmの円孔オリフィス）を設けた透明石英管に入れた。

【0143】急冷薄帯製造装置1が収納されているチャンバー内を脱気してからアルゴンガスを導入し、雰囲気ガスとした。この雰囲気ガス中で高周波加熱により前記インゴット片を溶解し、溶湯温度を1300℃とした。

【0144】次に、圧力 P_{amb} : $100kPa$ のアルゴンガス雰囲気中で、2000回転/分の回転数にて回転する冷却ロールの周面に向けて溶湯を溶湯噴射圧

i : $5 \sim 1000kPa$ で噴射し、幅 w : $1 \sim 2mm$ 、厚さ t : $30 \sim 40\mu m$ の急冷薄帯を作製した。

【0145】なお、用いた冷却ロールの条件は、次の通りである。

【0146】冷却ロールの周面の直径：200mm

冷却ロールの周面の幅：30mm

冷却ロールの表面層：銅製（厚さ：5mm）

冷却ロールの周面の表面粗さ：中心線平均粗さ $R_a \leq 0.1\mu m$

風防手段：ロールの両縁部にロール径方向に突出形成された凸条（図4に示す形状、高さ a : 5mm、幅 b : 5mm）

また、冷却ロールの回転による冷却ロール周面の最大偏心量 ΔR をレーザ変位計により測定したところ、 $\Delta R = 20\mu m$ であった。

【0147】雰囲気ガスの圧力 P_{amb} を種々変更し、他の条件は一定として、下記表4に示す実施例4～6、比較例5～7の6種の急冷薄帯を製造した。なお、比較例7は、 $\Delta R = 90\mu m$ ($> 2t$) である以外は同様の冷却ロールを用い、比較例5とほぼ同様の条件で急冷薄帯を製造したものである。

【0148】実施例4～6、比較例5～7の各急冷薄帯の製造条件を下記表4に示す。

【0149】得られた各急冷薄帯の寸法（幅 w 、厚さ t ）を下記表5に示す。ここで、幅 w は、マイクロスコブにより1試料につき5点以上の測定点で測定し、これを平均した値とした。また、厚さ t は、急冷薄帯の横

断面積を測定し、その値を幅 w で除して求めた。

【0150】

2. 急冷薄帯の性能評価次に、得られた各急冷薄帯について、以下の項目を評価した。それらの結果を下記表5に示す。

【0151】<ロール面欠陥>各急冷薄帯について、ロール面を走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察し、さらに画像解析を行った。画像解析の結果より、ロール面に対する巨大ディンプルの占める面積率 (%) を算出した。

【0152】<平均結晶粒径>各急冷薄帯について、透過型電子顕微鏡 (TEM) による組織観察を行い、その結果から、画像処理等の方法により、平均結晶粒径を求めた。

【0153】<磁気特性>磁気特性として、保磁力 iH_c および磁気エネルギー積 $(BH)_{max}$ を測定した。測定には、振動試料型磁力計 (VSM) を用いた。また、急冷薄帯の長手方向が印加磁場の方向になるように急冷薄帯をセットし、最大印加磁場 1.44 MA/m にて測定した。

【0154】<収率>急冷薄帯の収率を求めた。その方法は、チャンバー内の急冷薄帯飛行方向の前方に急冷薄帯の回収室を設け、溶湯射出終了後、その回収室に回収された急冷薄帯の総重量を測定し、この総重量の投入インゴット重量に対する比率を求め、収率 (%) とした。

【0155】

【表4】

表 4 急冷薄帯の製造条件

	溶湯噴射圧 P_1 (Pa)	溶湯流の圧力 P_2 (Pa)	雰囲気ガス圧力 P_{amb} (Pa)	雰囲気ガス密度 ρ_g (g/l)	冷却ロールの周速度 V_r (m/s)	ガス流の圧力 P_g (Pa)	P_g / P_2
実施例4	20000	7800	2700	0.04	20.9	2709	2.88
実施例5	20000	7800	8000	0.13	20.9	8030	0.97
実施例6	20000	7800	34700	0.56	20.9	34800	0.22
比較例5	20000	7800	101300	1.62	20.9	101700	0.08
比較例6	20000	7800	1333	0.02	20.9	1338	5.83
比較例7	20000	7800	101300	1.62	20.9	101700	0.08

【0156】

【表5】

表 5 急冷薄帯の特性

	急冷薄帯の幅 w (mm)	急冷薄帯の厚さ t (μm)	巨大ディンプルの面積率 (%)	平均結晶粒径 (nm)	iH_c (MA/m)	$(BH)_{max}$ (kJ/m ³)	収率 (%)
実施例4	0.82	27.8	3.2	35	0.41	126.8	91
実施例5	0.73	26.5	6.8	30	0.44	122.3	94
実施例6	0.95	28.3	10.9	25	0.38	126.5	90
比較例5	0.99	27.3	30.9	305	0.29	65.6	73
比較例6	1.05	29.3	0.3	285	0.26	69.3	79
比較例7	1.02	26.2	38.2	350	0.24	57.7	70

【0157】上記各表からわかるように、実施例4～6の各急冷薄帯では、いずれも、ロール面欠陥が少なく、結晶粒の微細化が図れ、その結果、高い磁気特性が得られている。また、実施例4～6の各急冷薄帯は、いずれも、収率が高く、高い生産性を有することがわかる。

【0158】これに対し、比較例5～7の各急冷薄帯は、実施例4～6に比べ、ロール面欠陥が多く、磁気特性が劣り、また、収率も低い。特に、冷却ロール周囲の最大偏心量 ΔR が大きい比較例7は、比較例5に比べ、磁気特性がさらに低下している。

【0159】3. ボンド磁石の製造

実施例4～6、比較例5～7の各急冷薄帯を粉砕機 (ライカイ機) により不活性ガス中で粉砕して、最大粒径 $\leq 80 \mu\text{m}$ 、平均粒径 $40 \mu\text{m}$ の磁石粉末とし、この磁石粉末と、エポキシ樹脂 $1.5 \text{ wt}\%$ と、ヒドラジン系酸化防止剤 $0.15 \text{ wt}\%$ と、ステアリン酸塩 (潤滑剤) $0.05 \text{ wt}\%$ とを混合し、この混合物を十分に混練 ($120^\circ\text{C} \times 10 \text{ 分}$) して、ボンド磁石用組成物 (コンパウンド) を作製した。

【0160】次いで、このコンパウンドを粉砕して粒状

とし、この粒状物を秤量してプレス装置の金型内に充填し、材料温度130℃、圧力7 t o n / c m ² で圧縮成形（無磁場中）して成形体を得た。

【0161】成形体を離型後、窒素ガス雰囲気中で1時間加熱処理し、エポキシ樹脂を熱硬化させて、10 mm × 10 mm × 10 mm の立方体形状のボンド磁石（実施例4～6、比較例5～7）を得た。

【0162】なお、各ボンド磁石中の磁石粉末の含有量は、それぞれ約98 wt %であった。

【0163】4. ボンド磁石の性能評価
実施例4～6、比較例5～7の各ボンド磁石について、以下の項目を評価した。その結果を下記表6に示す。

【0164】＜磁気特性＞ボンド磁石の磁気特性として、保磁力 $i H_c$ 、磁気エネルギー積 $(BH)_{max}$ および

$H_k / i H_c$ を測定した。測定には、直流自記磁束計を用い、最大印加磁場2 MA / mにて測定した。

【0165】＜耐食性＞ボンド磁石に対し、60℃×95% RHで500時間までの恒温恒湿試験を行い、耐食性を調べた。この耐食性は、ボンド磁石表面における錆の発生の有無を目視により判別し、錆の発生の度合いで4段階に評価した。

【0166】

◎：錆の発生が全く無い

○：錆の発生が僅かに有り

△：錆の発生有り

×：錆の発生が顕著に有り

【0167】

【表6】

表 6 ボンド磁石の特性

	$i H_c$ (MA/m)	$(BH)_{max}$ (kJ/m ³)	$H_k / i H_c$	耐食性
実施例4	0.41	89.2	0.30	○
実施例5	0.42	91.8	0.33	○
実施例6	0.35	94.2	0.35	○
比較例5	0.23	64.0	0.21	○
比較例6	0.25	58.9	0.20	×
比較例7	0.21	48.2	0.19	×

【0168】上記表6からわかるように、実施例4～6の本発明のボンド磁石は、いずれも、保磁力 $i H_c$ 0.35 MA / m以上、磁気エネルギー積 $(BH)_{max}$ が80 kJ / m³ 以上、 $H_k / i H_c$ が0.3以上と、優れた磁気特性を有しているとともに、耐食性も優れている。

【0169】これに対し、比較例5～7のボンド磁石は、本発明のボンド磁石に比べて磁気特性が低く、また耐食性も劣るものであった。

【0170】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、急冷薄帯において巨大ディンプルのようなロール面欠陥が抑制され、結晶粒の微細化により高い磁気特性を得ることができるとともに、収率が良く、生産性が高い。

【0171】よって、高機械的強度で優れた磁気特性および耐食性を有する永久磁石を提供することができる。また、このような磁石を容易に製造すること、低コストで製造することができる。

【0172】特に、風防手段を設けることや、冷却ロール周囲の最大偏心量を小さくすることとの組み合わせにより、急冷薄帯の磁気特性のパラツキを有効に防止し、より一層優れた磁気特性を持つ磁石材料や永久磁石を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の磁石材料を製造する装置（急冷薄帯製造装置）の構成例を示す斜視図である。

【図2】図1に示す装置における溶湯の冷却ロールへの衝突部位付近の状態を示す断面側面図である。

【図3】冷却ロールの構成例を示す断面図である。

【図4】冷却ロールの他の構成例を示す断面図である。

【図5】冷却ロールの回転に伴う冷却ロール周囲の最大偏心量を示す側面図である。

【符号の説明】

- | | |
|----|----------|
| 1 | 急冷薄帯製造装置 |
| 2 | 筒体 |
| 3 | ノズル |
| 4 | コイル |
| 5 | 冷却ロール |
| 50 | 回転軸 |
| 51 | 基部 |
| 52 | 表面層 |
| 53 | 周面 |
| 54 | 縁部 |
| 55 | 凸条 |
| 6 | 溶湯 |
| 7 | パドル |

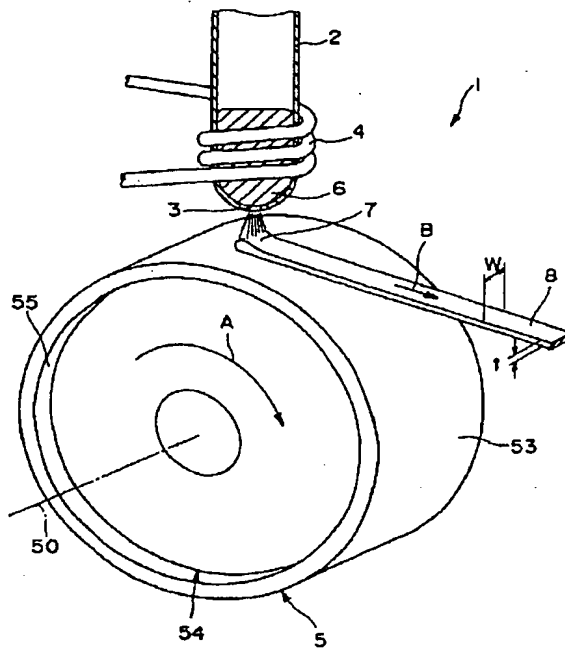
23

24

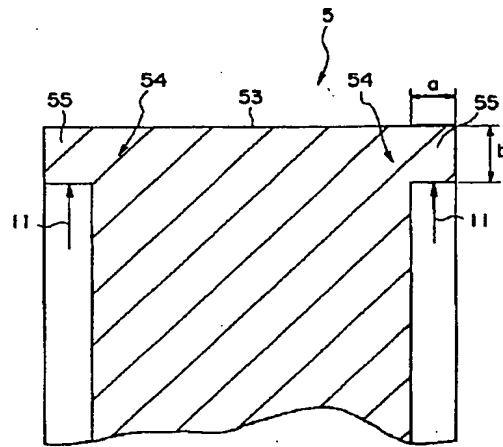
71 凝固界面
 8 急冷薄帯
 81 ロール面
 82 フリー面

10 ガス流
 11 ガス流
 13 巨大ディンプル

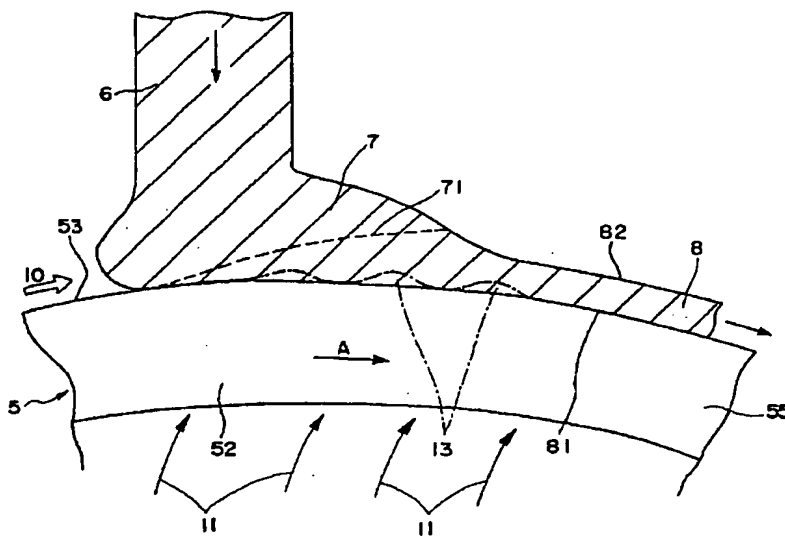
【図1】



【図3】



【図2】



【図 4】



【図 5】

